



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010119095/28, 11.05.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
11.05.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.05.2010

(45) Опубликовано: 27.11.2011 Бюл. № 33

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: T.SCHULZ ET AL.

«THERMOLUMINESCENCE IN SCANNING
ELECTRON MICROSCOPE». JOURNAL OF
APPLIED PHYSICS 104, 8, p.083710, (2008). RU
2303254 C2, 20.07.2007. RU 2197732 C1,
27.01.2003. RU 2355483 C2, 20.05.2009. WO
2004/065944 A2, 05.08.2004.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
УГТУ-УПИ, Центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

**Вайнштейн Илья Александрович (RU),
Вохминцев Александр Сергеевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н.Ельцина"
(RU)**

**(54) СПОСОБ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛА С
ПРОСТРАНСТВЕННЫМ МИКРО- ИЛИ НАНОМАСШТАБНЫМ РАЗРЕШЕНИЕМ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к измерительной технике. Способ включает облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции. Стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением, причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучения этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением

$t_{зад} \geq 10 \times t_{зат}$, где $t_{зад}$ - это время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения, $t_{зат}$ - это время затухания катодолюминесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 нс до 10^9 нс. Технический результат - повышение точности отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца, обеспечение экспрессности исследования, расширение возможности исследования люминесценции в материалах. 4 ил., 1 табл.





FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
G01N 21/63 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2010119095/28, 11.05.2010

(24) Effective date for property rights:
11.05.2010

Priority:

(22) Date of filing: 11.05.2010

(45) Date of publication: 27.11.2011 Bull. 33

Mail address:

620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, UGTU-
UPI, Tsentr intellektual'noj sobstvennosti

(72) Inventor(s):

Vajnshtejn Il'ja Aleksandrovich (RU),
Vokhmintsev Aleksandr Sergeevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Ural'skij
federal'nyj universitet imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N.El'tsina" (RU)

(54) METHOD OF INVESTIGATING LUMINESCENT PROPERTIES OF MATERIAL WITH SPATIAL MICRO- OR NANO-SCALE RESOLUTION

(57) Abstract:

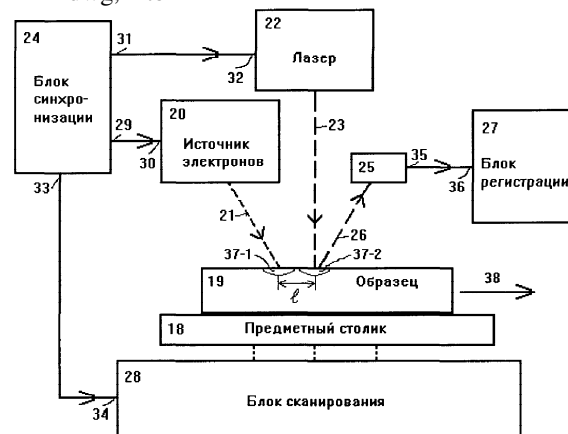
FIELD: physics.

SUBSTANCE: method involves exposing the investigated area of the material to a scanning electron beam, stimulating luminescence of the investigated area of the material and picking up the stimulated luminescence. Luminescence of the investigated area is stimulated by laser radiation, where the investigated area of the material is exposed to laser radiation after exposing that area of the material to the electron beam with delay time defined by the relationship $\tau_{del} \geq 10 \times \tau_{dec}$, where τ_{del} is the delay time between exposing the investigated area to the electron beam and laser radiation, τ_{dec} is the cathode luminescence decay time of the investigated area of the material ranging from 1 ns to 10^9 ns.

EFFECT: high accuracy of matching

luminescence results with a specific area of a sample, ensuring rapid investigation, broader capacity for investigating luminescence in materials.

4 dwg, 1 tbl



Фиг.4

Изобретение относится к способам бесконтактного неразрушающего исследования электрофизических характеристик материалов, в частности к способам исследования их люминесцентных свойств.

Известен способ исследования люминесцентных свойств люминофора, включающий облучение исследуемого материала бета-излучением (низкоэнергетическими электронами) радиоактивного стронция $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ с последующим стимулированием люминесценции в материале лазерным облучением и регистрацией стимулированной люминесценции [Optically stimulated Luminescence Dosimetry, L. Botter-Jensen, S.W.S. MacKeever, A.G. Wintle, 2003, Elsevier, p.6. Fig.1.2].

Недостатком этого способа является отсутствие возможности пространственного микро- и наномасштабного разрешения при исследовании люминофора.

Наиболее близким к предложенному является способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением [T.Schulz, M.Albrecht, K.Irmscher, C.Hartmann, J.Wollweber, and R.Fornari, "Thermoluminescence in a scanning electron microscope", Journal of Applied Physics 104, Issue 8, pp.083710-083710-7, (2008), опубликовано 27.10.2008, doi: 10.1063/1.3000455], включающий облучение исследуемой области материала (образца материала) сканирующим непрерывным электронным пучком продолжительностью до 5 минут для заполнения центров захвата носителями заряда и формирования люминесцентных комплексов, выдерживание материала в течение времени до 5 минут, последующий линейный нагрев всего образца материала со скоростью 0,15 К/с до требуемой температуры и регистрацию в процессе нагрева термостимулированной люминесценции.

Недостатком способа-прототипа является отсутствие возможности исследования стимулированных в материале быстропротекающих процессов в образующихся люминесцентных комплексах, регистрации параметров возникающих при этом короткоживущих метастабильных состояний люминесцентных комплексов, в частности измерение времени жизни таких состояний.

Другим недостатком способа-прототипа является увеличенное время исследования вследствие необходимости продолжительного нагрева образца материала при регистрации термостимулированной люминесценции для каждой области материала, облученной электронным пучком. При необходимости исследования люминесценции нескольких областей образца люминофора полное время исследования образца материала, в зависимости от количества исследуемых областей, может находиться в пределах от десятков минут до десятков и сотен часов.

Кроме того, вследствие нагревания при термической стимуляции всего образца материала и влияния на зарегистрированный результат люминесценции всех областей образца, включая исследуемую область, способ имеет пониженную точность отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца.

Задачей предложенного изобретения является повышение точности определения влияния параметров электронного пучка на люминесцентные характеристики материала, обеспечение исследования и регистрации параметров стимулированных в образце материала быстропротекающих процессов люминесцентных комплексов, расширение возможностей исследования параметров короткоживущих метастабильных состояний этих комплексов, сформированных в образце материала при облучении электронным пучком, а также сокращение времени измерений.

Для решения поставленной задачи способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением,

включающий облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, последующее стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции, отличается тем, что стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением, причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучения этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением

$$\tau_{\text{зад}} \geq 10 \times \tau_{\text{зат}}, \quad (1)$$

где

$\tau_{\text{зад}}$ - это время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения, с;

$\tau_{\text{зат}}$ - это время затухания катодolumинесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 нс до 10^9 нс.

Техническим результатом является обеспечение возможности варьирования промежутка времени (время задержки) между облучением исследуемой области материала пучком электронов и стимуляцией его лазерным излучением, то есть между формированием люминесцентных комплексов в конкретной исследуемой области материала и возбуждением люминесценции в этой же области. Это позволяет отождествить результат измерения люминесценции с конкретной, созданной с помощью электронного пучка областью люминесценции и исследовать влияние электронного пучка на конкретные центры люминесценции. Повышается точность определения влияния параметров электронного пучка на люминесцентные характеристики материала и воспроизводимость результатов измерений для каждой исследуемой области материала и разных образцов материалов. Проведение исследований при разных значениях времени задержки обеспечивает регистрацию параметров стимулированных в образце материала быстропротекающих процессов, расширение возможностей исследования параметров короткоживущих метастабильных состояний люминесцентных комплексов. Повышается точность сравнительного исследования свойств разных образцов материалов. Сокращается время исследования образца материала, практически находящееся в диапазоне от нескольких десятков секунд до нескольких минут.

Таким образом, использование в предложенном способе электронного и лазерного излучений обеспечивает повышение точности отождествления результатов люминесценции с конкретной областью образца. Повышается точность сравнительного исследования свойств разных образцов материалов. Расширяются возможности исследования люминесценции в материалах. Обеспечивается экспрессность исследований.

Изобретение поясняется чертежами:

фиг.1 - временные графики, иллюстрирующие облучение исследуемой области материала электронным пучком (фиг.1а) и лазерным излучением (фиг.1б), управление сканированием (фиг.1в), а также показывающие люминесценцию исследуемой области материала (фиг.1г), где оси абсцисс отражают время в с, а оси ординат - амплитуду (интенсивность) в относительных единицах, и где $\tau_{\text{э}}$ - длительность времени облучения исследуемой области материала электронным пучком, $\tau_{\text{л}}$ - длительность времени облучения исследуемой области материала лазерным излучением, $\tau_{\text{зад}}$ - длительность задержки между облучением исследуемой области электронным пучком и лазерным излучением, $\tau_{\text{ск}}$ - длительность времени сканирования;

фиг.2 - иллюстрация получения предложенным способом характеристик нескольких

исследуемых областей материала;

фиг.3 - блок-схема устройства для исследования люминесцентных свойств одной исследуемой области материала;

фиг.4 - блок-схема устройства для исследования люминесцентных свойств нескольких исследуемых областей материала.

Устройство (фиг.3) для исследования люминесцентных свойств материала одной исследуемой области материала включает предметный столик 1 для размещения образца материала 2 (образец), источник 4 пучка электронов 5, источник 6 лазерного излучения 7 (лазер), блок синхронизации 8 пучка электронов 5 и лазерного излучения 7, детектор люминесценции 9 с блоком 10 регистрации люминесценции 11. Предметный столик 1 размещен на основании устройства (на чертеже не показано).

Выход 12 блока синхронизации 8 соединен со входом 13 источника 4 пучка электронов, а выход 14 блока синхронизации 8 соединен со входом 15 источника 6 лазерного излучения. Выход 16 детектора 9 люминесценции 11 соединен со входом 17 блока 10 регистрации люминесценции 11, возбуждаемой лазерным излучением 7.

В качестве детектора 9 может быть использован спектрально разрешаемый фотоприемник, например фотоэлектронный умножитель. В качестве блока 10 регистрации может быть использован компьютер с устройством преобразования сигнала детектора 9.

Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 осуществляют функции формирования, соответственно, электронного пучка 5 и лазерного излучения 1, имеющих размеры поперечного сечения наноразмерного масштаба или, при необходимости, более увеличенные размеры микронного масштаба, в зависимости от размеров исследуемой области 3. Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 могут осуществлять функции формирования, соответственно, непрерывного электронного пучка 5 и непрерывного лазерного излучения 7 или импульсного электронного пучка 5 и импульсного лазерного излучения 7. В рассмотренном устройстве по фиг.3 источники электронов 5 и лазерного излучения 7 выполнены таким образом, что электронный пучок 5 и лазерное излучение 7 направлены на одну и ту же облучаемую (исследуемую) область 3 материала 2.

Блок синхронизации 8 осуществляет функцию задержки воздействия лазерного излучения 7 на исследуемую область 3 материала 2 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 5 на период времени, определяемой соотношением

$$\tau_{\text{зад}} \geq 10 \times \tau_{\text{зат}}, \quad (1)$$

где

$\tau_{\text{зад}}$ - это время задержки воздействия на исследуемую область материала лазерного излучения относительно воздействия на эту область электронного пучка, нс;
 $\tau_{\text{зат}}$ - это время затухания катодolumинесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 нс до 10^9 нс.

Для осуществления вышеуказанной задержки воздействия лазерного излучения 7 на облучаемую область 3 материала 2 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 5 на период времени, определяемой соотношением (1), блок синхронизации 8 содержит два синхронизированных друг с другом задающих генератора (на фигурах не показаны ни задающие генераторы, ни устройство их синхронизации), один из которых формирует на своем выходе последовательность управляющих импульсов 39, показанных на фиг.1а), а другой - последовательность управляющих импульсов 40, показанных на фиг.1б). Указанные импульсы имеют длительности $\tau_{\text{э}}$ и $\tau_{\text{л}}$, равные временам работы (от включения до выключения),

соответственно, источника 4 электронного пучка (импульс 39 длительностью $t_э$) и источника 6 лазерного излучения (импульс 40 длительностью $t_л$). Выход задающего генератора импульсов 39 непосредственно соединен с выходом 12 блока синхронизации 8, а выход задающего генератора импульсов 40 соединен с выходом 14 блока синхронизации (на фигурах не показано).

Упомянутые задающие генераторы синхронизированы друг относительно друга так, что при работе устройства каждый из импульсов 40 на выходе 14 блока синхронизации 8 задержан относительно импульса 39 на выходе 12 блока синхронизации 8 на время задержки, определяемое соотношением (1). Таким образом, своевременное включение и выключение друг за другом во времени источника 4 пучка электронов и источника 6 лазерного излучения обеспечивается при функционировании устройства подачей управляющих импульсов 39 и 40 с выходов 12 и 14 блока синхронизации 8 на входы 13 и 15 указанных источников.

Устройство (фиг.4) для исследования люминесцентных свойств материала нескольких исследуемых областей материала включает предметный столик 18 для размещения образца 19 исследуемого материала, источник 20 пучка электронов 21, источник 22 лазерного излучения 23, блок синхронизации 24, детектор 25 люминесценции 26 с блоком 27 регистрации люминесценции 26, возбуждаемой лазерным излучением 23. Предметный столик 18 размещен на блоке сканирования 28, осуществляющем функцию перемещения предметного столика 18 с образцом 19 исследуемого материала для обеспечения соответствующего перемещения пучка электронов 21 и лазерного излучения 22 по образцу материала 19.

В качестве детектора 25 может быть использован спектрально разрешаемый фотоприемник, в качестве блока 27 регистрации может быть использован компьютер с устройством преобразования сигнала детектора 25.

Функция сканирования в устройстве по фиг.4 осуществляется путем перемещения образца материала 19 относительно электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, каждый из которых постоянно направлен в определенное место (область) образца 19 материала. Указанное перемещение расположенного на подвижном предметном столике 18 материала 19 осуществляется с помощью блока сканирования 28. В других исполнениях устройства и осуществлениях предложенного способа материал 19 может быть расположен на неподвижном предметном столике 18, а сканирование может осуществляться перемещением электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно неподвижного образца материала 19 (на чертежах не показано).

Выход 29 блока синхронизации 24 соединен со входом 30 источника 20 пучка электронов, выход 31 блока синхронизации 24 соединен со входом 32 источника 22 лазерного излучения, а выход 33 блока 24 синхронизации соединен со входом 34 блока сканирования 28. Выход 35 детектора люминесценции 25 соединен со входом 36 блока 27 регистрации люминесценции 26.

В устройстве по фиг.4 источники электронов 20 и лазерного излучения 22 также осуществляют функции формирования, соответственно, электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, с размерами поперечного сечения наноразмерного или микронного масштаба. Источники электронов 4 и лазерного излучения 6 также могут осуществлять функции формирования, соответственно, непрерывного электронного пучка 21 и непрерывного лазерного излучения 23 или импульсного электронного пучка 21 и импульсного лазерного излучения 23. В рассматриваемом устройстве по фиг.4 источники электронов 20 и лазерного излучения 22 выполнены так, что электронный пучок 21 направлен на исследуемую область 37-1 образца 19, а лазерное

излучение 23 направлено на исследуемую область 37-2 этого образца, являющуюся соседней с областью 37-1 в направлении 38 перемещения исследуемого образца 19. Области материала 19 37-1 и 37-2 отстоят друг от друга на расстояние ℓ . При функционировании рассматриваемого устройства исследуемая область 37-1 облучается электронным пучком 21, а после перемещения образца 19 в процессе сканирования в направлении 38 подпадает под воздействие лазерного излучения 23 в виде области 37-2 и облучается им.

Задержка воздействия лазерного излучения 23 на облучаемую область 37-2 образца материала 19 относительно времени воздействия на область 37-1 электронного пучка 21 на время задержки, определяемое соотношением (1), обеспечивается в устройстве по фиг.4 соответствующим выбором расстояния ℓ между указанными областями и скорости 1) сканирования (перемещения) образца 19 в соответствии с соотношением

$$\ell = v \times t_{\text{тск}}, \quad (2)$$

где

ℓ - расстояние между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 материала 19, нм, измеряется между центрами исследуемых областей;

v - скорость перемещения (сканирования) электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно образца материала 19, нм/с;

$t_{\text{тск}}$ - время сканирования, которое равно или меньше времени задержки воздействия на исследуемую область материала 19 лазерного излучения 23 относительно воздействия на эту область электронного пучка 21, нс.

Блок сканирования 28 для перемещения предметного столика содержит, например, шаговый микродвигатель, управляемый импульсами со входа 34 блока синхронизации 28 с помощью схемы управления этим двигателем (на чертеже не показано). Указанный двигатель обеспечивает упомянутую выше скорость v перемещения предметного столика 18 с исследуемым материалом 19.

Для осуществления воздействия лазерного излучения 26 на облучаемую область материала 19 относительно времени воздействия на эту область электронного пучка 21 позже на период времени, определяемый соотношением (1), блок синхронизации 24 содержит два синхронизированных друг с другом задающих генератора (на фигурах не показано), один из которых формирует на своем выходе последовательность управляющих импульсов 39 (39-2), показанных на фиг.1а, а другой - последовательность управляющих импульсов 40 (40-2), показанных на фиг.1б. Указанные импульсы имеют длительности t_3 и t_4 , равные временам работы (от включения до выключения), соответственно, источника 20 электронного пучка (импульсы 39, 39-2 длительностью t_3) и источника 22 лазерного излучения (импульсы 40, 40-2 длительностью t_4). Выход задающего генератора импульсов 39 непосредственно соединен с выходом 29 блока синхронизации 24, а выход задающего генератора импульсов 40 соединен с выходом 31 блока синхронизации (на фигурах не показано).

Упомянутые задающие генераторы синхронизированы друг относительно друга так, что при работе устройства каждый из импульсов 40 (40-2) на выходе 31 блока синхронизации 24 задержан относительно импульсов 39 (39-2) на выходе 29 этого блока синхронизации на время задержки, определяемое соотношением (1). Таким образом, своевременное включение и выключение друг за другом во времени источника 20 пучка электронов и источника 22 лазерного излучения обеспечивается при функционировании устройства подачей управляющих импульсов 39 (39-2) и 40 (40-

2) с выходов 29 и 31 блока синхронизации 24 на входы, соответственно, 30 и 32 указанных источников. Как показано на фиг.1, импульсы 39 и 40 формируются в течение периода Т работы блока синхронизации 24, а импульсы 39-2, 40-2 - в течение периода Т-2, следующего за периодом Т. За периодом Т-2 могут следовать и другие

периоды с аналогичными импульсами (на фигуре не показано).
В блоке синхронизации 24 имеется также дифференцирующий блок, два входа которого соединены с выходами вышеупомянутых задающих генераторов, а выход - с выходом 33 блока синхронизации 24 (на чертежах не показано). Дифференцирующий блок (в соответствии с известной функцией дифференцирования импульсов) образует на своем выходе, а значит, на выходе 33 блока синхронизации 24 отрицательный импульс 44 от заднего фронта каждого импульса 39 (39-2) (фиг.1в) одного задающего генератора, а затем положительный импульс 45 от переднего фронта каждого импульса 40 (40-2) другого задающего генератора. При этом время между отрицательным и положительным импульсами 44, 45, являющееся временем сканирования тск, получается равным тзад - времени задержки воздействия на исследуемую область материала 19 лазерного излучения 23 относительно воздействия на эту область электронного пучка 21. При скорости микродвигателя блока сканирования 28, в соответствии с соотношением (2) устанавливаемой равной v , вышеописанное выполнение и соединение между собой блока синхронизации 24 и блока сканирования 28 обеспечивает при их функционировании перемещение материала 19 на требуемое расстояние l (фиг.4) во время тск, в течение которого выключены источники 20 электронного пучка и 22 лазерного излучения. В описываемом устройстве по фиг.4 при необходимости время сканирования тск может быть установлено меньшим, чем время тзад (на фигурах не показано).

Отметим, что описанный выше дифференцирующий блок, являющийся частью блока синхронизации 24, выполнен таким образом, чтобы на его выходе не формировались импульсы от переднего фронта импульсов 39 (39-2) и от заднего фронта импульсов 40(40-2) задающих генераторов (фигурах не показано).

Блоки синхронизации 8 и 24 могут быть выполнены с использованием микропроцессорных устройств с соответствующим интерфейсом для согласования с источниками излучений 4, 6, 20, 22 и блоком сканирования 28.

В процессе работы устройства по фиг.3 осуществляется предложенный способ исследования люминесцентных свойств одной исследуемой области 3 материала 2.

При включении устройства с выхода 12 блока синхронизации 8 поступает на вход 13 источника электронов 4 импульс 39 (фиг.1а), длительность $t\tau$ которого определяет длительность работы источника электронов 4. Производится облучение исследуемой области 3 материала 2 электронным пучком 5. В случае, когда размеры исследуемой области 3 больше размеров поперечного сечения пучка электронов 5, последний сканирует по поверхности области 3 до полного облучения всей области 3. В частном случае равенства размеров и конфигурации исследуемой области 3 с размерами и конфигурацией сечения электронного пучка 5, пучок 5 облучает область 3 без сканирования, в течение времени, определяемого условиями исследования люминесценции и находящегося, например, в диапазоне от 80 нс до 10 мс. В процессе облучения области 3 электронным пучком 5 в этой области возникает катодолюминесцентное излучение исследуемого материала (импульс 41 на фиг.1г). Катодолюминесцентное излучение после окончания облучения области 3 электронами 5 затухает в течение времени, меньшего, чем установленное время тзад, по истечении которого начинается облучение области 3 лазерным излучением 7.

По окончании облучения исследуемой области 3 электронным пучком 5 через время задержки тзад, равное, в частности, 100 нс, с выхода 14 на вход 15 источника 6 лазерного излучения подается импульс 40 (фиг.1б), длительность тл которого определяет длительность работы источника 6 лазерного излучения. Производится облучение исследуемой области 3 материала 2 лазерным излучением 7 в течение времени, находящегося, в частности, в пределах от 80 нс до 100 мс. Возникающее при этом люминесцентное излучение (11 на фиг.3, импульс 42 на фиг.1г) попадает на детектор люминесценции 9. Соответствующий люминесценции импульсный сигнал 42 с выхода 16 детектора 9 приходит на вход 17 блока регистрации 10, запоминается, выводится на монитор компьютера, обрабатывается в блоке регистрации 18 (на фигурах не показано). Одной из характеристик исследуемой области 3 материала является, например, поглощенная доза облучения этой области, пропорциональная площади 43 импульса 42 (фиг.1г).

При диаметре круглой исследуемой области 3, в частности, равном 20 нм, обеспечивается наноразмерное разрешение при исследовании люминесценции материала 2. При диаметре круглой исследуемой области 3, равном, например, 5 мк, разрешение будет микроразмерным.

Выбор облучения материала 2 непрерывными электронным пучком 5 и лазерным излучением 7 или импульсными электронным пучком и импульсным лазерным облучением зависит от требуемых условий исследования или определяется имеющимся оборудованием.

Время задержки тзад устанавливается, в соответствии с соотношением (1), в зависимости от времени затухания тзат катодолюминесценции исследуемого материала, находящегося в пределах от 1 нс до 10^9 нс. Например, при времени затухания 1 нс время задержки должно быть не менее 10 нс, при времени затухания 1000 нс время задержки устанавливается не меньше чем 10000 нс.

Максимальное значение времени задержки в каждом указанном случае устанавливается, с одной стороны, исходя из того, чтобы чрезмерно не увеличивать время исследования материала. С другой стороны, максимальное время задержки выбирается так, чтобы уровень (величина, амплитуда, интенсивность) затухающей катодолюминесценции была в 10-15 раз меньше уровня исследуемой люминесценции материала, вызываемой лазерным излучением.

В таблице приведены предназначенные для использования при осуществлении предложенного способа значения тзат и тзад для некоторых материалов.

Исследуемый материал	Время затухания катодолюминесценции, тзат, нс	Время задержки, тзад, не менее, нс
n-GaP	20	200
YAG: Ce	70	700
NaI: Tl	230	$2,3 \times 10^3$
BGO	$3,0 \times 10^2$	$3,0 \times 10^3$
a-SiO ₂ (1,9 эВ)	$2,8 \times 10^4$	$2,8 \times 10^5$
a-SiO ₂ (2,65 эВ)	$4,9 \times 10^6$	$4,9 \times 10^7$

В процессе работы устройства по фиг.4 осуществляется предложенный способ исследования люминесцентных свойств исследуемых областей 37-1 и 37-2 материала 19 (фиг.4) со сканированием электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 относительно образца материала 19 при переходе от одной исследуемой области к другой.

При включении устройства с выхода 29 блока синхронизации 24 (фиг.4) поступает

на вход 30 источника электронов 20 импульс 39 (фиг.1а), длительность t_3 которого определяет длительность работы источника электронов 20. Производится облучение исследуемой области 37-1 материала 19 электронным пучком 21 аналогично тому, как это описано выше для исследуемой области 3 (фиг.3). В процессе облучения области 37-1 электронным пучком 21 в этой области возникает катодолуминесцентное излучение исследуемого материала (41 на фиг.1 г), которое после окончания облучения области 37-1 электронами 21 затухает в течение времени, меньшего, чем установленное время $t_{зад}$.

По окончании облучения области 37-1 пучком электронов 21 (импульс 39) осуществляется сканирование материала 19 в направлении 38 (фиг.4). При этом облученная электронами область материала (37-1) перемещается в положение 37-2 для последующего облучения ее лазерным излучением 26 через время задержки $t_{зад}$, равное, например, 100 нс. Сканирование обеспечивается подачей с выхода 33 блока синхронизации 24 отрицательного импульса 44 (фиг.1в) на вход 34 блока сканирования 28. Импульс 44 с помощью схемы управления запускает шаговый микродвигатель блока сканирования (на фигурах не показано) для перемещения материала 19 в направлении 38. Затем, через время $t_{ск}$, вследствие прихода на вход 34 блока сканирования 28 положительного импульса 45, выключается микродвигатель блока сканирования, останавливается перемещение материала 19.

Далее, с выхода 31 блока синхронизации на вход 32 источника 22 лазерного излучения подается импульс 40 (фиг.1б), длительность которого t_4 определяет длительность работы источника 22. Производится облучение исследуемой области 37-2 материала 19 лазерным излучением 23 в течение времени, находящегося, в частности, в пределах от 80 нс до 100 мс. Возникающее при этом люминесцентное излучение (26 на фиг.3, 42 на фиг.1г) попадает на детектор люминесценции 25. Соответствующий люминесценции импульсный сигнал с выхода 35 детектора 25 приходит на вход 36 блока регистрации 27, запоминается и обрабатывается в блоке регистрации 27, выводится на монитор компьютера (на фигурах не показано). Одной из характеристик исследуемой области 37-2 материала является, в частности, поглощенная доза облучения этой области, пропорциональная площади 43 импульса 42.

Описанный процесс облучения исследуемых областей материала 19 электронным и лазерным излучениями и регистрации люминесценции, происходящий в период Т (фиг.1), повторяется в период Т-2 и последующие периоды для получения результатов исследования других областей материала 19 (фиг.2).

Диаметры электронного пучка 21 и лазерного излучения 23 выбраны, в частности, равными 20 нм, при этом обеспечивается наноразмерное разрешение исследования люминесценции материала 19. В этом случае расстояние ℓ между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 устанавливается равным, например, 24 нм. Расстояние ℓ между исследуемыми областями выбирается, в частности, таким, чтобы соседние исследуемые области не перекрывались, или из других соображений.

При диаметре электронного пучка 21 и лазерного излучения 23, равном, например, 8 мк, разрешение будет микроразмерным. При этом расстояние ℓ между исследуемыми областями 37-1 и 37-2 будет равно, например, 9,6 мк.

Выбор облучения материала 19 непрерывными электронным пучком 21 и лазерным излучением 23 или импульсными электронным пучком и импульсным лазерным облучением зависит от требуемых условий исследования или определяется имеющимся оборудованием.

Описанный процесс облучения и перемещения образца материала 19 повторяется

требуемое число раз для исследования заданного количества исследуемых областей материала 19. На фиг.2. приведены результаты исследования предложенным способом областей 46, 47, 48, 49 и 50 материала 19. Для каждой из областей 46÷50 материала 19 получена соответствующая импульсная характеристика 51, 52, 53, 54, 55, отражающая величину поглощенной дозы в исследуемой области материала и интенсивность люминесценции каждой из исследуемых областей, включающих определенное количество люминесцентных комплексов.

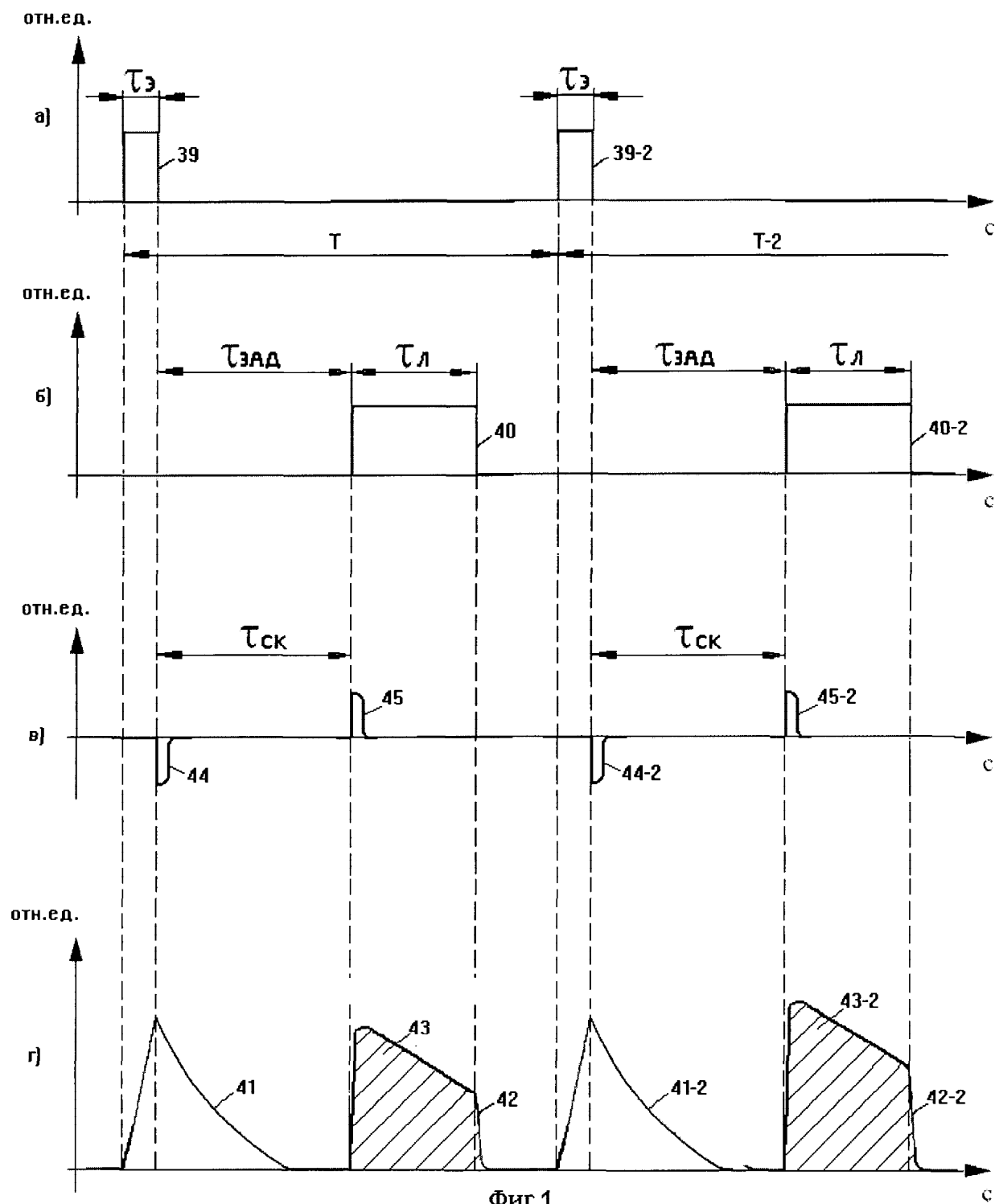
Формула изобретения

Способ исследования люминесцентных свойств материала с пространственным микро- или наномасштабным разрешением, включающий облучение исследуемой области материала сканирующим электронным пучком, последующее стимулирование люминесценции исследуемой области материала и регистрацию стимулированной люминесценции, отличающийся тем, что стимуляцию люминесценции исследуемой области осуществляют лазерным излучением, причем воздействие лазерного излучения на исследуемую область материала производят позже облучения этой области материала электронным пучком на время задержки, определяемое соотношением

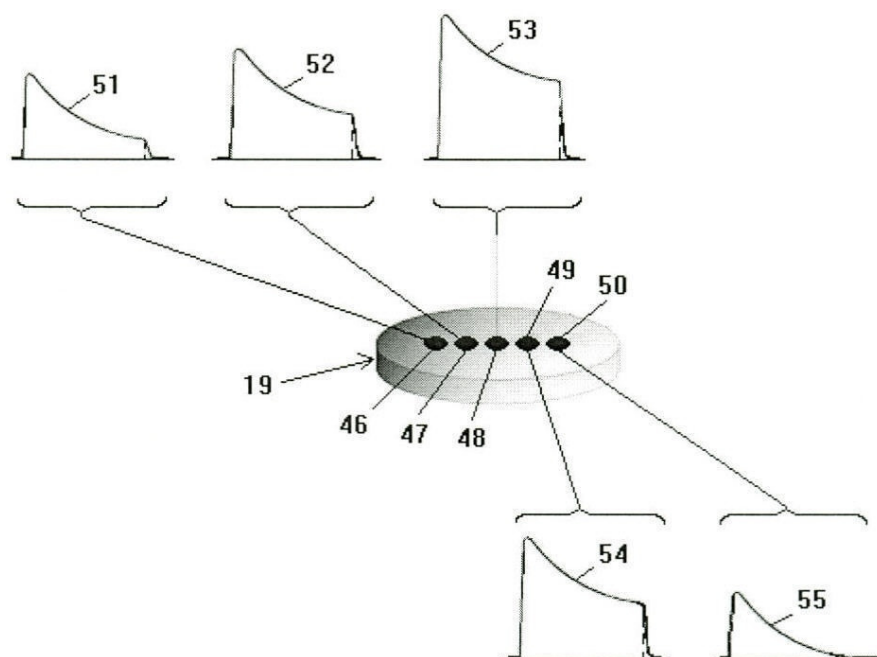
$$\tau_{\text{зад}} \geq 10 \cdot \tau_{\text{зат}},$$

где $\tau_{\text{зад}}$ - это время задержки между воздействием на исследуемую область электронного пучка и лазерного излучения, с;

$\tau_{\text{зат}}$ - это время затухания катодолуминесценции исследуемой области материала, находящееся в пределах от 1 нс до 10^9 нс.



Фиг.1



Фиг.2



Фиг.3



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **12.05.2012**

Дата публикации: **10.03.2013**

RU 2 435 157 C1

RU 2 435 157 C1